

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 01301866  
PUBLICATION DATE : 06-12-89

APPLICATION DATE : 29-01-88  
APPLICATION NUMBER : 63021025

APPLICANT : TOKIN CORP;

INVENTOR : IWABUCHI YUICHI;

INT.CL. : C23C 18/16 C25D 3/38 C25D 5/34

TITLE : FORMATION OF METALLIC LAYER ON ALUMINUM NITRIDE SURFACE

ABSTRACT : PURPOSE: To form a metallic layer excellent in adhesive strength to an AlN substrate, free from defects such as blister in metallic layer, capable of solder mounting, and having superior heat resistance by etching the surface of the above substrate, applying Ni plating to the substrate and also applying coppering to the surface of the above Ni layer, and carrying out the prescribed heat treatments.

CONSTITUTION: The surface of an AlN substrate is etched to 0.5~5.0 $\mu$ m surface roughness Ra by means of alkali or acid, and electroless Ni plating of 1~20 $\mu$ m thickness is applied to the above substrate, and then, this substrate is subjected to heat treatment consisting of heating to 150~500°C in an inert atmosphere of nitrogen gas, etc. Subsequently, coppering of 2~500 $\mu$ m thickness is applied to the above Ni layer, followed by heat treatment in a nonoxidizing atmosphere at  $\leq 200^\circ\text{C/hr}$  temp.-rise and temp.-fall rates at 250~350°C holding temp. By this method, the metallic layer excellent in adhesive strength between the substrate and the metallic layer, having superior heat resistance, and free from defects such as blister at the time of soldering working, etc., can be formed on the substrate surface.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A)

平1-301866

⑤Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

④公開 平成1年(1989)12月6日

C 23 C 18/16  
C 25 D 3/38  
5/34

6686-4K

6686-4K

7325-4K 審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

④発明の名称 窒化アルミニウム表面に金属層を形成する方法

②特 願 昭63-21025

②出 願 昭63(1988)1月29日

⑦発 明 者 岩 淵 裕 一 宮城県仙台市郡山6丁目7番1号 東北金属工業株式会社  
内

⑦出 願 人 株式会社トーキン 宮城県仙台市郡山6丁目7番1号

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

窒化アルミニウム(AIN)表面に金属層を  
形成する方法

## 2. 特許請求の範囲

窒化アルミニウム(AIN)基板表面に、下地にニッケルと表面層に銅からなる金属層を形成する方法において、窒化アルミニウムの表面をアルカリまたは酸を用いて表面粗さRaを0.5ないし5.0 $\mu\text{m}$ にエッチングを施し、前記基板上に1ないし20 $\mu\text{m}$ の厚さで無電解ニッケルメッキを施し、前記ニッケル層と前記窒化アルミニウム基板を不活性雰囲気中において150℃ないし500℃で加熱して熱処理を施し、前記ニッケル層上に、2 $\mu\text{m}$ 以上、500 $\mu\text{m}$ 以下の厚さで銅メッキを行ない、前記金属層と前記基板とを非酸化性雰囲気中において、200℃/時間以下の昇温、及び降温速度で、250ないし350℃の温度で加熱して作る、下地にニッケル層、表面に銅層の金属層を形成することを特徴とする窒化アルミニウム(AIN)基板表面に金属層を形成する方法。

ル層、表面に銅層の金属層を形成することを特徴とする窒化アルミニウム(AIN)基板表面に金属層を形成する方法。

## 3. 発明の詳細な説明

〔分野の概要〕

本発明はセラミックス絶縁基板の表面に金属層を形成する方法に係り、特に窒化アルミニウム基板表面にメッキ技術を用いて下地にニッケル層を、表面に2 $\mu\text{m}$ 以上の厚付銅層を形成する金属層を表面に形成した窒化アルミニウム基板の製造方法に関するものである。

〔従来技術の内容と問題点〕

この種のセラミックス基板に金属層を形成する技術は特に新しいものではないが、例えばセラミックス基板を脱脂した後直接無電解銅メッキを施すか、或いは無電解ニッケルメッキを施した後、銅メッキを施すという方法が一般に知られている。しかし、これらの方法を用いた場合、銅層の厚みが2 $\mu\text{m}$ 以下の場合には有効であるが、セラミック

ス基板と金属層との接着部が特に $2\mu\text{m}$ 以上の銅層を厚付した場合耐熱性に問題があり、半田付けした際、或いは電子部品を実装したときに、密着強度の低下や金属層の剝離や、或いは銅層に微妙なふくれを生じ、信頼性に問題を生じていた。また、セラミックス基板と金属層との間の密着強度の確保という点で、非酸化物系セラミックスは金属とのぬれ性が悪く、窒化アルミニウム基板への金属接合の場合も、同様にこの理由からメッキによるメタライズ技術を用いて、しかも、 $2\mu\text{m}$ 以上の銅層の厚付を安定して行える手法の確立はいまだない。一方、銅の箔を用いて銅層の形成を行う場合、セラミックス基板上に銅回路基板を直接接合する方法が開発されているが、セラミックス基板と金属層との中間に酸化物層、或いはろう材等を介在させるため、高熱伝導性基板としての用途に対して、熱伝導性を損なうこと、製造工程が複雑であること、銅箔を平坦に接合するための歩留りが悪いなどの欠点があった。

以下余白

即ち、本発明は 窒化アルミニウム基板表面に下地にニッケルと表面層に銅からなる金属層を形成する方法において、窒化アルミニウム基板の表面をアルカリまたは酸を用いて表面粗さ $R_a$ を $0.5$ ないし $5.0\mu\text{m}$ にエッチングを施し、前記窒化アルミニウム基板上に $1$ ないし $20\mu\text{m}$ の厚さで通常方法による無電解ニッケルメッキを施し、前記ニッケル層と前記窒化アルミニウム基板を不活性雰囲気にて $150^\circ\text{C}$ ないし $500^\circ\text{C}$ で加熱し、熱処理を施した前記ニッケル層上に、 $2\mu\text{m}$ 以上の厚さで銅メッキを施し、前記金属層を非酸化性雰囲気中において $200^\circ\text{C}$ /時間以下の昇温、及び降温速度で $250$ ないし $350^\circ\text{C}$ の温度で加熱して作る下地にニッケル層、表面に金属層を形成している。

〔実施例による説明〕

本発明による窒化アルミニウム基板表面への金属層の形成方法の実施例につき説明する。

寸法が $50\text{mm}\times 50\text{mm}\times 0.635\text{mm}$ 、表面粗さが $R_a=0.65\mu\text{m}$ 、純度が99%以上の窒化アルミニウム基板を次の2つの条件でエッチングを行った。

〔発明の目的〕

本発明は窒化アルミニウム基板上にニッケル、及び厚み $2\mu\text{m}$ 以上の銅からなる金属層をメッキにより形成し、セラミックス基板と金属層との密着強度に優れ、耐熱性も良好で半田付け作業時などにふくれ等の欠点を生じない、窒化アルミニウム基板と、ニッケル、或いは銅との結合体を提供することを目的とする。

〔発明の構成〕

本発明は窒化アルミニウム表面に優れた密着強度、及び耐熱性を有する金属層を得るための方法であり、窒化アルミニウム基板を水酸化ナトリウム、または水酸化カリウムのアルカリ、或いは10%濃度の弗化水素水と、10%濃度の硝酸水溶液を1:1に混合した酸によるエッチングによって、表面粗さ $R_a=0.5$ ないし $5.0\mu\text{m}$ に荒らし、さらに $1$ ないし $20\mu\text{m}$ の厚さに一般市販のニッケルリンによる無電解ニッケルメッキを施し熱処理を行う。次に電解銅メッキを $1$ ないし $500\mu\text{m}$ 施した後、さらに熱処理を行う。

第1の条件:  $1\text{N NaOH}$ 水溶液を $40^\circ\text{C}$ に加温したもので40分浸漬し $R_a=2.4\mu\text{m}$ とした。

第2の条件: 重量比で10%弗化水素水溶液、10%  $\text{HNO}_3$ の1:1水溶液に3分間浸漬し、 $R_a=0.7\mu\text{m}$ とした。

第1の条件、及び第2の条件で窒化アルミニウム基板表面にエッチングを施した後、表面に無電解ニッケルメッキ、本例ではニッケルリンを通常行なわれている方法で $15\mu\text{m}$ 施した後、窒素ガス雰囲気中で保持条件 $250^\circ\text{C}$ で2時間、昇温降温条件を $300^\circ\text{C}/\text{時}$ で熱処理を行った。次に重量比で10%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 水溶液にて表面活性化を行ない、一般に用いられている硫酸銅メッキ液を用いて $2\text{A}/\text{dm}^2$ の電流密度で $200\mu\text{m}$ の厚さに電気銅メッキを施した。次に窒素ガス雰囲気中において $25^\circ\text{C}/\text{時}$ の昇降温速度で熱処理を行った。その際の最高温度は $350^\circ\text{C}$ で、2時間の保持を行った。得られた表面に金属層を施した窒化アルミニウム基板に非酸化ガスの雰囲気、本実施例では水素ガス雰囲気中で $350^\circ\text{C}$ の条件で、シリコンチップを高温半田にて

半田付けした。その結果、形成された金属層は窒化アルミニウム基板より剥離、ふくれなどの欠陥を生じることなく、半田付け性にも問題を生じることにはなかった。また、垂直引っ張り強度も $1.5\text{kg}/\text{mm}^2$ 以上で実用上問題のない密着強度が得られた。尚、上記実施例では無電解ニッケルメッキはニッケル、リンであるがニッケルボロンでもよい。また、無電解ニッケルメッキの厚さは10ないし $20\mu\text{m}$ が好適であった。

前述した実施例と同様な手順により窒化アルミニウム基板表面の粗さ、無電解ニッケルメッキの厚さ、無電解ニッケルメッキ後の熱処理温度、銅メッキの厚さ、銅メッキ後の熱処理温度、昇降温度の条件等の銅層を形成する条件と、製作後の銅層の窒化アルミニウム基板への密着強度と、金属層の表面を溶融半田でぬらしたときのふくれ、はがれの発生による歩留りを耐熱性歩留りとし、各製造条件と特性値の結果を表-1に示す。表-1に示す値は

1. 窒化アルミニウム基板表面粗さは0.5ないし

$5.0\mu\text{m}$ がよく、表面を粗しすぎると基板の機械的強度を弱くする。

2. 無電解ニッケルメッキの厚さは15ないし $20\mu\text{m}$ がよい。

3. 無電解ニッケルメッキ後の窒素ガス雰囲気における熱処理は250ないし $500^\circ\text{C}$ でよい。

4. 銅メッキの厚さは $2\mu\text{m}$ でも $500\mu\text{m}$ でもよい。

5. 銅メッキ後の熱処理は250ないし $350^\circ\text{C}$ の範囲が好ましい。

〔発明の効果〕

以上のべたごとく本発明による窒化アルミニウム基板表面への金属層の形成は、窒化アルミニウム基板とニッケル、及び厚み $2\mu\text{m}$ 以上の銅からなる金属層との形成方法において、特に、数十 $\mu\text{m}$ 以上の銅層を形成した場合でも、窒化アルミニウム基板のエッチングと所定の熱処理とを施すことにより優れた密着強度を確保し、金属層の剥離、ふくれ等の欠陥を生じない、しかも、還元雰囲気でも半田実装可能な優れた耐熱性を有する銅の金属層を有する窒化アルミニウム基板をメッキ

表-1

製造条件	歩留り率 (%)	密着強度 ( $\text{kg}/\text{mm}^2$ )	Cuメッキ厚さ ( $\mu\text{m}$ )	Niメッキ厚さ ( $\mu\text{m}$ )	Niメッキ後の熱処理温度 ( $^\circ\text{C}$ )	Cuメッキ後の熱処理温度 ( $^\circ\text{C}$ )	昇降速度 ( $^\circ\text{C}/\text{min}$ )	歩留り率 (%)
1	18	0.2	200	15	250	350	25	18
2	58	1.3	200	15	250	350	25	58
3	81	1.5	200	15	250	350	25	81
4	0	1	200	0	250	350	25	0
5	8	0.8	200	1	250	350	25	8
6	5	1.0	200	15	0	350	25	5
7	97	1.1	2	15	250	350	25	97
8	98	1.8	100	15	250	350	25	98
9	20	1.3	200	15	250	350	25	20
10	33	1.8	200	15	250	150	25	33
11	95	2.4	200	15	250	250	25	95
12	5	0.6	200	15	250	350	300	5
13	16	0.9	200	15	250	350	100	16
14	100	2.6	200	15	250	350	25	100
15	58	2.1	200	15	250	500	25	58
16	0	1	200	15	250	800	25	0
17	98	2.1	500	15	250	350	25	98
18	60	1.2	700	15	250	350	25	60
19	82	1.1	200	15	500	350	25	82
20	14	0.5	200	15	750	350	25	14
21	99	2.4	200	20	250	350	25	99
22	98	2.3	200	15	250	350	25	98
23	1	2.5	200	15	250	350	25	1

により得ることができた。

これにより、パワーモジュール基板等大電力用の基板を高熱伝導性セラミックスである窒化アルミニウム基板で容易に形成でき、銅回路の形成も従来の銅箔を用いる方法に比べ、安価にかつ複雑な形状のものを容易に形成でき、また、スルーホール基板としての用途への適用も可能な、表面に信頼性の高い銅層を持つ窒化アルミニウム基板を提供できるようになった。

特許出願人 東北金属工業株式会社

# 手続補正書(方式)

平成1年7月11日



特許庁長官 吉田文毅 殿

## 7. 補正の内容

「発明の名称を 窒化アルミニウム表面に金属層を形成する方法 と補正する。」

### 1. 事件の表示

昭和63年 特許願 第21025号

### 2. 発明の名称

窒化アルミニウム表面に金属層を形成する方法

### 3. 補正する者

事件との関係

〒882 センダインタイハクタクコオリヤマ

住 所 宮城県仙台市太白区郡山六丁目7番1号  
(行政区画の変更による住居表示の変更)

カブシキガイシャ

名 称 株式会社 トーキン

代表者 佐藤 幸雄



### 4. 補正命令の日付

平成1年7月4日

### 5. 補正により増加する請求項の数 「なし」

### 6. 補正の対象

「明細書の発明の名称の欄」

